

**European Patent Office** 

Office européen des brevets



(11) EP 1 048 778 A1

(12)

# **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag: 02.11.2000 Patentblatt 2000/44

(51) Int. Cl.7: D06M 15/667

(21) Anmeldenummer: 00107220.6

(22) Anmeldetag: 01.04.2000

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE

Benannte Erstreckungsstaaten: AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 30.04.1999 DE 19919707

(71) Anmelder: Clariant GmbH 65929 Frankfurt am Main (DE)

(72) Erfinder:

• Pirig, Wolf-Dieter 53879 Euskirchen (DE)

• Thewes, Volker 40789 Monhelm (DE)

# (54) Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien

(57) Die Erfindung betrifft eine Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien enthaltend mindestens ein filmbildendes Bindemittel und ein Flammschutzmittel, dadurch gekennzeichnet, daß es als Flammschutzmittel Melaminpolyphosphat enthält

Die Erfindung betrifft auch die Verwendung der erfindungsgemäßen Brandschutzbeschichtung zur Herstellung flammgeschützter Fasermaterialien.



[0001] Die Erfindung betrifft eine Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien enthaltend mindestens ein filmbildendes Bindemittel und ein Flammschutzmittel und die Verwendung einer solchen Brandschutzbeschichtung.

[0002] Fasermaterialien, beispielsweise in Form textiler Flächengebilde, wie Gewebe für Vorhänge, Teppichböden, Autositzbezüge, Eisenbahnsitze, Kinderbettbezüge usw. bestehend aus beispielsweise Baumwolle, Cellulose-, Polyester-, Polyethylen-, Polyamid-, Polypropylenfasern oder Fasergemische, sind im Brandfall leicht entflammbar.

[0003] Es ist bekannt, Textilien mit Zusammensetzungen von Dekabromdiphenylether und anderen Flammschutzmitteln, wie Antimontrioxid und Aluminiumtrihydrat in Form wäßriger dispersionen zu behandeln, um ihnen flammhemmende Eigenschaften zu verleihen. Diese Beschichtungen sind halogenhaltig und damit in vielen Fällen, insbesondere für Textilien, mit denen Kinder in Berührung kommen, nicht verwendbar.

[0004] Es ist daher bereits vielfach versucht worden, diese halogenhaltigen Produkte durch halogenfreie zu ersetzen. So sind halogenfreie Produkte, die für die Flammfestausrüstung von Textilien bereits verwendet wurden, die bekannten Ammonium- und Natriumsalze der Phosphorsäure.

[0005] Der Nachteil dieser Produkte besteht darin, daß sie einerseits auf Fasermaterialien keinen zufriedenstellenden Effekt bezüglich flammhemmender Wirkung ergeben, und daß sie andererseits aufgrund ihrer hohen Wasserlöslichkeit sehr schnell ausgewaschen werden.

[0006] Entsprechende Zusammensetzungen auf der Basis von Ammoniumpolyphosphat haben hier bereits zu einem positiveren Ergebnis geführt, soweit es die Effektivität der flammhemmenden Wirkung und die Wasserlöslichkeit betrifft, sind aber auch noch nicht voll zufriedenstellend. So neigt Ammoniumpolyphosphat bei Feuchtigkeit zum Kleben (Froschgriff).

[0007] Es ist daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien zur Verfügung zu stellen, die die genannten Nachteile vermeidet und sowohl bezüglich der Flammschutzwirkung als auch bezüglich des "Froschgriffs" den bisherigen Zusammensetzungen gleichwertig bzw. - bei Halogenfreiheit - überlegen ist.

[0008] Diese Aufgabe wird gelöst durch eine Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien der eingangs genannten Art, dadurch gekennzeichnet, daß es als Flammschutzmittel Melaminpolyphosphat enthält.

[0009] Bevorzugt entspricht das Melaminpolyphosphat der Formel (HMPO3)<sub>n</sub>, in der M für Melamin steht und  $n \ge 2$ , insbesondere 2 bis 10.000 ist.

[0010] Bei Melaminpolyphosphat handelt es sich um ein Polymer aus Melamin- und Phosphateinheiten, die zu kürzeren und längeren Ketten verknüpft sind. Die Verteilung der Melamin- und Phosphateinheiten kann regelmäßig oder unregelmäßig sein, sie können gegebenenfalls auch in sich selber polymerisiert sein. Es können auch Derivate des Melamins, wie Melem, Melam und andere enthalten sein.

[0011] Entsprechend seiner unterschiedlichen Kettenlänge und der Verteilung bzw. Häufung der Melamin- und Phosphateinheiten kann das Melaminpolyphosphat in seinen Eigenschaften innerhalb gewisser Grenzen variieren.

[0012] Melaminpolyphosphat ist beispielsweise in der PCT/WO 98/45364 näher beschrieben, es wird dort auch als Melaminsalz der Polyphorsäure bezeichnet, wobei die polymere Kette aus (HMPO<sub>3</sub>)-Einheiten [M steht für Melamin] besteht und  $n \ge 2$ , Insbesondere 5 bls 10.000 lst.

[0013] Melaminpolyphosphat wird üblicherweise durch Erhitzen von Melaminpyrophosphat unter Stickstoffatmosphäre bei Temperaturen von 290 °C und mehr bis zur Gewichtskonstanz erhalten (PCT/WO 98/08898).

[0014] Bevorzugt handelt es sich bei dem filmbildenden Bindemittel um

Homopolymerisate auf Basis Vinylacetat,

Copolymerisate auf Basis Vinylacetat, Ethylen und Vinylchlorid,

Copolymerisate auf Basis Vinylacetat und dem Vinylester einer langkettigen, verzweigten Carbonsäure,

Copolymerisate auf Basis Vinylacetat und Maleinsäure-di-n-Butylester,

Copolymerisate auf Basis Vinylacetat und Acrylsäureester und/oder

Copolymerisate auf Basis Acrylsäureester,

Vinyltoluol/Acrylat-Polymer,

Styrol/Acrylat-Polymere,

Vinyl/Acrylat-Copolymere und/oder

selbstvernetzende Polyurethan-Dispersionen.

[0015] Besonders bevorzugt handelt es sich bei dem filmbildenden Bindemittel um Polyvinylacetat-Copolymere oder um Polyacrylate.

[0016] Bevorzugt beträgt das Mengenverhältnis von filmbildenden Bindemittel (100%ig) zu Melaminpolyphosphat (10 bis 1) zu (1 bis 5).

[0017] Besonders bevorzugt beträgt das Mengenverhältnis von filmbildenden Bindemittel (100%ig) zu Melaminpo-

40

45

50

typhosphat (5 bis 1) zu (1 bis 3).

Bevorzugt sind als weitere Komponenten Wasser sowie ggf. übliche Hilfs- und Zusatzstoffe enthalten.

Bevorzugt sind als Hilfs- und Zusatzstoffe Dispergiermittel, Schaummittel, Schaumstabilisatoren, Verdicker, [0019] Fungizide und / oder Entschäumer enthalten.

Bevorzugt handelt es sich bei den Fasermaterialien um Gewebe für Vorhänge, Teppichböden, Auto- und [0020] Eisenbahnsitzbezüge oder Kinderbettbezüge, bestehend aus Baumwolle, Cellulose-, Polyester-, Polyethylen-, Polyamid-, Polypropylenfasern und/oder anderen Fasergemische handelt.

Die erfindungsgemäße Brandschutzbeschichtung ist für praktisch alle denkbaren Fasermaterialien geeignet, entsprechend ist ihre Anwendung nicht auf die vorgenannten Einsatzbereiche begrenzt.

Die Erfindung betrifft schließlich auch die Verwendung der erfindungsgemäßen Brandschutzbeschichtung [0022] zur Herstellung flammgeschützter Fasermaterialien.

Entsprechend den nachfolgenden Beispielen wird jeweils zunächst eine Brandschutzbeschichtung erzeugt, [0023] diese in einer bestimmten Dicke auf das entsprechende Fasermaterial aufgetragen (appliziert) und getrocknet. Je nach Art und Zusammensetzung der Brandschutzbeschichtung bzw. der Fasermaterialien des Gewebes wird ggfs. noch aufgeschäumt, getrocknet oder vernetzt.

Die Beschichtungen wurden dann entsprechend den Normen: [0024]

- für Brandschutzbestimmungen in Gebäuden nach DIN 4102 Teil 1
- für Automobile nach FMVSS 302
- für Bundesbahn nach DIN 54336 20

geprüft.

Die Klebefreiheit der applizierten Beschichtungen wurden nach jeweiliger Klimalagerung visuell begutach-[0025]

tet. [0026]

25

30

Die Erfindung wird anhand der nachstehenden Beispiele erläutert.

Beispiel 1 (Vergleich)

Rückseitenbeschichtung für Automobil-Isoliermaterial

[0027]

35

40

600 g/l Polyvinylacetat Dispersion (50 %ig) 80 g/l Dekabromdiphenylether 40 g/l **Antimontrioxid** 80 g/i Aluminiumtrihydrat 5 g/l Schaummittel

45

Applikation:

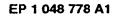
50

1. Aufschäumen 180µm 2. Applikationsmenge bei 150°C 3. Trocknung 100 g/m<sup>2</sup> Beschichtungsmenge

55

Flammtest: FMVSS 302

Ergebnis: SE





5 g/l

Feuchtigkeitstest (Lagerung bei 40 °C und 95 % Feuchte über 24 Std.): kein Kleben

Beispiel 2 (Vergleich)

[0028]

PVA -Dispersion (50%lg) 600 g/l

Ammoniumpolyphosphat Löslichkeit < 0.1% 120 g/l

Melamin 40 g/l

Di-Pentaerythrit 30 g/l

Dispergiermittel 2 g/l

Schaummittel

Applikation:

25

30

35

20

1. Aufschäumen	
2. Applikationsmenge	180μm
3. Trocknung	bei 150°C
4. Beschichtungsmenge	100 g/m <sup>2</sup>

Flammtest FMVSS 302

Ergebnis: SE

Feuchtigkeitstest (wie bei Beispiel 1): leichtes Kleben, was nach Trocknung verschwindet.

Beispiel 3

[0029]

40

45

PVA-Dispersion (50 %ig)	600 g/l
Melaminpolyphosphat	160 g/l
Schaummittel	5 g/l

50 Applikation:

55

1. Aufschäumen	
2. Applikationsmenge	180 µm
3. Trocknung	bei 150°C

# (fortgesetzt)

4. Beschichtungsmenge	100 g/m <sup>2</sup>

Flammtest: FMVSS 302

Ergebnis: SE

Feuchtigkeitstest (wie Beispiel 1): absolut klebefrei

Beispiel 4

Automobil- und Eisenbahnsitzbezüge

[0030]

15

20

10

5

550 g/l Polyacrylat Dispersion (45 %ig) 100 g/l Wasser 30 g/l Melaminharz Melaminpolyphosphat 90 g/l 3 g/l Schaummittel

Schaumstabilisator

25

Applikation:

30

35

1. Aufschäumen	
2. Applikationsmenge	30g Flammschutzmittel pro 100g Gewebe
3. Trocknung	bei 170°C

5 g/l

## Flammtest:

40

a) Eisenbahnsitze Prüfverfahren nach E-DIN 54837

Ergebnis: S 4, ST 2, SR 2

45

b) Autositze Prüfverfahren FMVSS 302

Ergebnis: SE

Feuchtigkeitstest: (wie Beispiel 1 und nach 48 u. 96 Std.) absolut klebefrei

50

55

# Beispiel 5

Teppichrückenbeschichtung

5 [0031]

10

PVA-Copolymer Dispersion (50 %ig)	100 Teile
Melaminpolyphosphat	130 Teile
Wasser	30 Telle

15

Applikation:

20

Applikationsmenge	300-400 g/m <sup>2</sup>
2. Trocknung	bei 130°C

25

Flammtest: Prüfverfahren nach DIN 54336 Ergebnis: Vertical Test, 3 sec. Beflammung - 0 sec. Nachbrennen

Beispiel 6

30 Ausrüstung von Vorhängen (Baumwollgewebe)

[0032]

35

Polyacrylat Dispersion	500 g/l
Wasser	100 g/l
Melaminpolyphosphat	50 g/l

40

Applikation:

50

45

1. Applikationsmenge 170 g/m²

2. Verfahren: Foulardierung

Die Flottenaufnahme betrug nach Abquetschen ca. 70 %, bezogen auf das Gewebegewicht.

3. Trocknung bei 120 °C

4. Vernetzung 2 Minuten bei 170 °C

**5**5

Flammtest: Prüfverfahren nach DIN 4102 Teil 1

#### Ergebnis:

- a) Ausgangsgewebe B1 bestanden
- b) nach 5 Waschvorgängen in der Waschmaschine mit handelsüblichem Waschmittel B1 bestanden
- c) nach 10 Waschvorgängen wie b) B1 bestanden
- d) nach 20 Waschvorgängen wie b) B1 an der Grenze, aber sehr gut B2

#### Patentansprüche

5

15

20

25

35

50

55

- Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien, enthaltend mindestens ein filmbildendes Bindemittel und ein Flammschutzmittel, dadurch gekennzeichnet, daß es als Flammschutzmittel Melaminpolyphosphat enthält.
  - 2. Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Melaminpolyphosphat der Formel (HMPO<sub>3</sub>)<sub>n</sub>, in der M für Melamin steht und n ≥ 2, insbesondere 2 bis 10.000 ist, entspricht.
  - 3. Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem filmbildenden Bindemittel um

Homopolymerisate auf Basis Vinylacetat,

Copolymerisate auf Basis Vinylacetat, Ethylen und Vinylchlorid,

Copolymerisate auf Basis Vinylacetat und dem Vinylester einer langkettigen, verzweigten Carbonsäure,

Copolymerisate auf Basis Vinylacetat und Maleinsäure-di-n-Butylester,

Copolymerisate auf Basis Vinylacetat und Acrylsäureester und/oder

Copolymerisate auf Basis Acrylsäureester,

Vinyltoluol/Acrylat-Polymer,

Styrol/Acrylat-Polymere,

Vinyl/Acrylat-Copolymere und/oder

selbstvernetzende Polyurethan-Dispersionen

### 30 handelt.

- Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem filmbildenden Bindemittel um Polyvinylacetat-Copolymere oder um Polyacrylate handelt.
- Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Mengenverhältnis von filmbildenden Bindemittel (100%ig) zu Melaminpolyphosphat (10 bis 1) zu (1 bis 5) beträgt.
- 6. Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Mengenverhältnis von filmbildenden Bindemittel (100%ig) zu Melaminpolyphosphat (5 bis 1) zu (1 bis 3) beträgt.
- Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß als weitere Komponenten Wasser sowie ggf. übliche Hilfs- und Zusatzstoffe enthalten sind.
  - Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß als Hilfs- und Zusatzstoffe Dispergiermittel, Schaummittel, Schaumstabilisatoren, Verdicker, Fungizide und/oder Entschäumer enthalten sind.
  - 9. Brandschutzbeschichtung für Fasermaterialien nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den Fasermaterialien um Gewebe für Vorhänge, Teppichböden, Auto- und Eisenbahnsitzbezüge oder Kinderbettbezüge, bestehend aus Baumwolle, Cellulose-, Polyester-, Polyethylen-, Polyamid-, Polypropylenfasern und/oder anderen Fasergemische handelt.
  - 10. Verwendung einer Brandschutzbeschichtung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9 zur Herstellung flammgeschützter Fasermaterialien.



# **EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT**

Nummer der Anmelden EP 00 10 7220

	EINSCHLÄGIG	E DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Doku der maßgeblic	ments mit Angabe, soweit erforde hen Telle		Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANNELDUNG (INCCL7)
X		- Zeile 7 *		,2,5 <del>-9</del>	D06M15/667
X	GB 2 272 444 A (MIR 18. Mai 1994 (1994- * Ansprüche 10,25,2		)  1-	- <b>9</b>	
1	GERTRUDA (NL); KIER MA) 20. Januar 2000 * Beispiel *	5 - Seite 7, Zeile 20 5 - Zeile 33 + 5 - Zeile 8 *	S	<b>.9</b>	
	Class A18, AN 1998- XP002143899	is Ltd., London, GB; -463402 (URARAY PLASTICS KK); 07-28)		10	RECHERCHERTE BACKLT)  DOGM CO9K
1	;SHINDO MASUO (JP); S) 27. November 199	AN CHEMICAL IND LTD SHISHIDO KOUJI (JP) 7 (1997-11-27) 7 - Seite 44, Zeile	);	10	
Der vor	flegende Recherchenbericht wu	rde für alle Patentansprüche erst	elik .		
	Recherchenors	Absohlußdatum der Recherd	h•		Prüfer
	DEN HAAG	1. August 200	00	Fio	cco, M
X : von b Y : von b ender A : tectur O : niche	TEGORIE DER GENANNTEN DOK reconderer Bedeutung allen betrech reconderer Bedeutung in Verbindung von Verblienflichung derselben Kateg sologischer Hintergrund sologischer Hintergrund schriftliche Offenbarung sheriterstur	E: filterue Pa nech dem mit einer D: in der Arr orie L: eue ander	dentdokume Armeldeder neldung ang an Gründen er gleichen F	nt, des jedos Lum vesöffen eführtes Dai angeführtes	

EPO FORM 1609 co.u.e (POICOS)

# ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.

EP 00 10 7220

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben. Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datel des Europäischen Patentamits am Diese Angaben ülenen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

01-08-2000

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokumer					Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung	
MO	9911702	A	11-03-1999	NL	1006936 C	05-03-199	
				AU	9007298 A	22-03-199	
				ZA	9808080 A	04-03-199	
GB	2272444	A	18-05-1994	CA	2146558 A	26-05-199	
45		••	20 00 000	EP	0668887 A	30-08-199	
				JP	8503505 T	16-04-199	
				WO	9411425 A	26-05-199	
MO	0002869	A	20-01-2000	NL	1009588 C	11-01-200	
	0002007	••	20 01 2000	AÜ	4804399 A	01-02-200	
JP	10195774	A	28-07-1998	KEI	IE		
<u> </u>	9744377	A	27-11-1997	AU	712183 B	28-10-199	
-	37 4 4077		2. 2	AU	2791397 A	09-12-199	
				CA	2238474 A	27-11-199	
				ČN	1209824 A	03-03-199	
				EP	0861283 A	02-09-199	
				JP	10081691 A	31-03-199	
				NO	983320 A	17-07-199	
				US	6008349 A	28-12-199	

EPO FORM PORT

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsbistt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

ms Page Blank (uspto)